

- |                                    |  |
|------------------------------------|--|
| (19) 【発行国】 日本国特許庁 (J P)            | (19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)  |
| (12) 【公報種別】 公開特許公報 (A)             | (12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)  |
| (11) 【公開番号】 特開平 10 - 4 6 2 9 7     | (11) [Publication Number of Unexamined Application] Japan Unexamined Patent Publication Hei 10 - 46297                                       |
| (43) 【公開日】 平成 10 年 (1998) 2 月 17 日 | (43) [Publication Date of Unexamined Application] 1998 (1998) February 17 day  |
| (54) 【発明の名称】 鉄損特性の優れた高磁束密度一方向性電磁鋼板 | (54) [Title of Invention] IRON LOSS CHARACTERISTIC IT WAS SUPERIOR, HIGH MAGNETIC FLUX DENSITY UNIDIRECTIONALITY ELECTROMAGNETIC STEEL PLATE |
| (51) 【国際特許分類第 6 版】                 | (51) [International Patent Classification 6th Edition]   |
| C22C 38/00 303                     | C22C 38/00 303   |
| C21D 8/12                          | C21D 8/12  |
| C22C 38/34                         | C22C 38/34   |
| H01F 1/16                          | H01F 1/16  |
| 【 F I 】                            | [FI]   |
| C22C 38/00 303 U                   | C22C 38/00 303 U   |
| C21D 8/12 B                        | C21D 8/12 B  |
| C22C 38/34                         | C22C 38/34   |
| H01F 1/16 B                        | H01F 1/16 B  |
| 【審査請求】 未請求                         | [Request for Examination] Examination not requested  |
| 【請求項の数】 2                          | [Number of Claims] 2   |
| 【出願形態】 F D                         | [Form of Application] Floppy disk  |
| 【全页数】 7                            | [Number of Pages in Document] 7  |
| (21) 【出願番号】 特願平 8 - 2 1 8 0 9 0    | (21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 8 - 218090  |
| (22) 【出願日】 平成 8 年 (1996) 8 月 1 日   | (22) [Application Date] 1996 (1996) August 1 day   |
| (71) 【出願人】                         | (71) [Applicant]   |
| 【識別番号】 000006655                   | [Applicant Code] 000006655   |
| 【氏名又は名称】 新日本製鐵株式会社                 | [Name] NIPPON STEEL CORP. (DB 69-057-0072)   |

【住所又は居所】東京都千代田区大手町2丁目6番3号

[Address] Tokyo Chiyoda-ku Otemachi 2-6-3

(71) 【出願人】

(71) [Applicant]

【識別番号】390022873

[Applicant Code] 390022873

【氏名又は名称】日鐵プラント設計株式会社

[Name] NITTETSU PLANT DESIGNING CORP. (DB 69-108-2804)

【住所又は居所】福岡県北九州市戸畑区大字中原4番地の59

[Address] 59 of Fukuoka Prefecture Kitakyushu City Tobata-ku Oaza Nakahara No. 46 area

(72) 【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】熊野 知二

[Name] Kumano Tomoji

【住所又は居所】福岡県北九州市戸畑区飛幡町1-1  
新日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

[Address] Inside of Fukuoka Prefecture Kitakyushu City Tobata-ku flying Hata Cho 1-1 Nippon Steel Corp. (DB 69-057-0072) Yawata make 鐵 place

(72) 【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】藤井 浩康

[Name] Fujii Hiroyasu

【住所又は居所】福岡県北九州市戸畑区飛幡町1-1  
新日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

[Address] Inside of Fukuoka Prefecture Kitakyushu City Tobata-ku flying Hata Cho 1-1 Nippon Steel Corp. (DB 69-057-0072) Yawata make 鐵 place

(72) 【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】山崎 幸司

[Name] Yamazaki Koji

【住所又は居所】福岡県北九州市戸畑区飛幡町1-1  
新日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

[Address] Inside of Fukuoka Prefecture Kitakyushu City Tobata-ku flying Hata Cho 1-1 Nippon Steel Corp. (DB 69-057-0072) Yawata make 鐵 place

(72) 【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】北河 久和

[Name] North river Hisakazu

【住所又は居所】福岡県北九州市戸畑区飛幡町1-1  
新日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

[Address] Inside of Fukuoka Prefecture Kitakyushu City Tobata-ku flying Hata Cho 1-1 Nippon Steel Corp. (DB 69-057-0072) Yawata make 鐵 place

(72) 【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】黒木 克郎

[Name] Kuroki Katsuro

【住所又は居所】福岡県北九州市戸畑区大字中原4番地の59 日鐵プラント設計株式会社内

[Address] Inside of 59 Nittetsu Plant Designing Corp. (DB 69-108-2804) of Fukuoka Prefecture Kitakyushu City Tobata-ku Oaza Nakahara No. 46 area

(72) 【発明者】

(72) [Inventor]

【氏名】田中 収

【住所又は居所】福岡県北九州市戸畑区大字中原4番地  
 地の59 日鐵プラント設計株式会社内

(74) 【代理人】

【弁理士】

(57) 【要約】

【課題】 鉄損特性の優れた高磁束密度一方向性電磁鋼板。

【解決手段】 鋼中にSi: 2.5~4.5%, Cr: 0.05~0.25%を含有し板厚: 0.15~0.35mm、磁束密度:  $B_s$ : 1.92T以上で、鋼板の平均結晶粒径が5~50nm、地鉄にくい込んだ内部被膜の厚みが、2.5~5 $\mu$ mのフォスフェイト皮膜を有し、製品の鉄損( $W_{17/50}$ )をA、製品のフォスフェイト皮膜を除去したときの鉄損( $W_{17/50}$ )をBとして、 $(B-A)/A$ が0.15以上である低鉄損高磁束密度一方向性電磁鋼板。

[Name] Tanaka taking in

[Address] Inside of 59 Nittetsu Plant Designing Corp. (DB 69-108-2804) of Fukuoka Prefecture Kitakyushu City Tobata-ku Oaza Nakahara No. 46 area

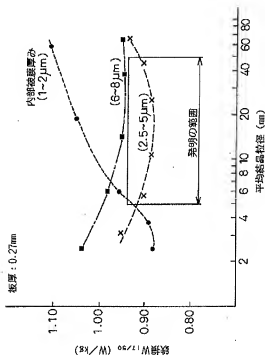
(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

(57) [Abstract]

[Problem] High magnetic flux density unidirectionality electro magnetic steel plate where iron loss characteristic is superior.

[Means of Solution] In steel Si: 2.5 to 4.5% and Cr: 0.05 to 0.25% are contained and when thickness of inside coating where with platelet thickness: 0.15 to 0.35 mm and magnetic flux density:  $B_s$ : 1.92 T or more, average crystal grain diameter of steel sheet 5 to 50 nm and area iron is difficult and is packed, has fosterite (DANA 51.3.1.2) film of the 2.5 to 5  $\mu$ m iron loss ( $W_{17/50}$ ) of product removing fosterite (DANA 51.3.1.2) film of A and the product low iron loss high magnetic flux density unidirectionality electromagnetic steel sheet where  $(B-A)/A$  is 0.15 or greater with their iron loss ( $W_{17/50}$ ) as B.



【特許請求の範囲】

[Claim(s)]

【請求項 1】 鋼中に重量%で、Si を 2.5%以上 4.5%以下、Cr を 0.05~0.25%を含有し、磁束密度が  $B_8$ : 1.92 T 以上である、板厚 0.15~0.35 mm の鋼板において、鋼板の平均結晶粒径が 5 mm ~ 50 mm の範囲にあり、製品の鉄損  $W_{17/50}$  を A、製品のフォーステライト皮膜を除去したときの鉄損  $W_{17/50}$  を B とした場合、 $(B-A)/A$  が 0.15 以上であることを特徴とする低鉄損高磁束密度方向性電磁鋼板。

【請求項 2】 内部皮膜の厚みが 2.5~5  $\mu$ m であるフォーステライト皮膜を有することを特徴とする請求項 1 記載の低鉄損高磁束密度方向性電磁鋼板。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は鉄損の優れた高磁束密度方向性電磁鋼板に関するものである。

##### 【0002】

【従来の技術】 方向性電磁鋼板は軟磁性材料として主にトランス、その他の電気機器の鉄心材料として使用されるもので磁気特性として励磁特性と鉄損特性が良好でなくてはならない。磁気特性の優れた材料を得るには磁化容易軸である  $\langle 001 \rangle$  軸が圧延方向に高度に揃うことが重要であるが、この他に結晶粒径、表面皮膜、固有抵抗等が大きく影響してくる。このため、これまで結晶粒径は小さく、皮膜張力、固有抵抗は大きくすることを目標に改善努力がされてきた。

【0003】 特開昭 57-41326 号公報には板厚 0.15~0.25 mm、平均結晶粒径 1~6 mm かつ片面当たり 1~4  $g/m^2$  のフォーステライト皮膜を持つ鉄損の極めて低い方向性電磁鋼板とその製造方法が開示されている。この発明では、磁束密度  $B_{10}$  が 1.89~1.93 T である材料について板厚と平均粒径を上記の範囲内にする事により低鉄損が得られることを見いだしている。

【0004】 また、特開昭 58-23414 号公報に示されるような微量の Al を含んだ鉄素鋼中に Sn、Cu

【Claim 1】 With weight%, Si 2.5% or higher 4.5% or lower and Cr 0.05 to 0.25% is contained in steel, magnetic flux density is  $B_8$ : 1.92 T or more, average crystal grain diameter of steel sheet is a range of 5 mm to 50 mm in steel sheet of plate thickness 0.15 to 0.35 mm, when iron loss  $W_{17/50}$  of the product removing fosterite (DANA 51.3.1.2) film of A and product, when their iron loss  $W_{17/50}$  is designated as B, low iron loss high magnetic flux density unidirectionality electromagnetic steel sheet which designates that  $(B-A)/A$  is 0.15 or greater as feature.

【Claim 2】 Low iron loss high magnetic flux density unidirectionality electromagnetic steel sheet which is stated in Claim 1 which designates that it possesses fosterite (DANA 51.3.1.2) film where thickness of inside film is 2.5 to 5  $\mu$ m as feature.

#### 【Description of the Invention】

##### 【0001】

【Technological Field of Invention】 This invention is something regarding high magnetic flux density unidirectionality electromagnetic steel plate where iron loss is superior.

##### 【0002】

【Prior Art】 As for unidirectionality electromagnetic steel sheet mainly being something which is used as iron core material of the trans and other electric equipment as soft magnetic material, excitation characteristic and iron loss characteristic must be satisfactory as magnetic property. To obtain material where magnetic property is superior, it is important for the  $\langle 001 \rangle$  axis which is a easily magnetized axis to be even high-level in rolling direction, but in addition degree of crystal grain, surface film and the specific resistance etc influence largely. Because of this, degree of crystal grain was small so far, as for the film tension and specific resistance improvement effort designated that it enlarges goal.

【0003】 Unidirectionality silicon steel sheet and manufacturing method where iron loss which has fosterite (DANA 51.3.1.2) film of the plate thickness 0.15 to 0.25 mm, average crystal grain diameter 1 to 6 mm and per surface 1 to 4  $g/m^2$  quite is low are disclosed in the Japan Unexamined Patent Publication Showa 57-41326 disclosure. With this invention, fact that low iron loss is acquired by designating plate thickness and average particle diameter as inside above-mentioned range concerning material where magnetic flux density  $B_{10}$  is 1.89 to 1.93 T is discovered.

【0004】 In addition, Sn, Cu, you could do proposition which high temperature heating (usual 1300 °C or higher), produces

、を添加したスラブを高温加熱（通常  $1300^{\circ}\text{C}$  以上）して製造する提案がなされ、これにより方向性を損なうことなく結晶粒を小さくすることが可能となり、非常に特性の優れた製品が得られるようになった。更に、この技術に基づき特開昭59-126722号公報、特開昭61-117215号公報により、製品板厚の薄い製品の安定製造も可能となり、極めて低い鉄損の一方方向性電磁鋼板が得られるようになった。

【0005】これらの技術は結晶粒を小さくすることにより、粒界を増やし、この粒界に発生する遠流磁区が磁区細分化の芽となり、皮膜張力と相俟って磁区巾を狭くしているものと考えられている。また、近年例えば、特公昭61-60896号公報に示されるようなスラブ加熱温度を  $1280^{\circ}\text{C}$  未満と低くし得る製造プロセスが提案されている。

【0006】この方法は前述した高温スラブ加熱材のよりに前工程でインヒビターを調整するものではなく、冷延以降の工程で窒素或いはアンモニア等で窒化して造り込むことを特徴としている。特開昭62-253728号公報には同じく低温スラブ加熱プロセスで製造した製品の特徴を結晶粒と  $\Delta B_0$  との関係で開示している。  
( $\Delta B_0$  = 皮膜除去  $B_0$  - 皮膜付き  $B_0$ ) 即ち、従来の製品の結晶粒径 ( $1 \sim 6 \mu\text{m}$ ) より大きな粒径 ( $8 \sim 30 \mu\text{m}$ ) をもった製品でフォスフェイト皮膜の除去前後の  $\Delta B_0$  が  $220$  ゴウス以上であることを特徴とする鉄損の低い一方方向性電磁鋼板が開示されている。

【0007】この発明者等は鋼板に与える張力、鋼板界面の凹凸等の皮膜性状が  $\Delta B_0$  によく反映されることをつきまと、この  $\Delta B_0$  をもってフォスフェイト皮膜の性状を記述する属性としている。そして、 $\Delta B_0$  が  $250$  ゴウス以上であるフォスフェイト皮膜をつけた時、低鉄損を与える素材の平均粒径 ( $8 \sim 30 \mu\text{m}$ ) と  $B_0$  ( $1.91 \sim 1.97 \text{ T}$ ) の範囲を規定している。 $\Delta B_0$  の大きな皮膜で低鉄損が得られる理由については、皮膜が鋼板に与える張力及び皮膜と鋼板の界面の凹凸がともに大きく、界面の凹凸が一種の磁区細分化の起点となり、それに加えて高張力により、磁区細分化がなされ鉄損が得られると説明している。

slab which is added in silicon steel which includes the Al of kind of trace amount which is shown in Japan Unexamined Patent Publication Showa 58 - 23414 disclosure, without impairing directionality because of this, it became possible, to make the crystal grain small, reached point where product where characteristic inferiority very is acquired. Furthermore, also stable production of product where product plate thickness is thin with the Japan Unexamined Patent Publication Showa 59 - 126722 disclosure and Japan Unexamined Patent Publication Showa 61 - 117215 disclosure, became possible on basis of this technology, reached point where quite unidirectionality electromagnetic steel sheet of low iron loss is acquired.

[0005] These technology increase grain boundary by making crystal grain small, circulation magnetic domain which occurs in this grain boundary becomes bud of magnetic domain fractionization, goes hand in hand with film tension and is thought thing which makes magnetic domain width narrow. In addition, under  $1280^{\circ}\text{C}$  production process which it can make low has been proposed kind of slab heating temperature which recently is shown in for example Japan Examined Patent Publication Sho 61 - 60896 disclosure.

[0006] This method like high temperature slab heater which is mentioned earlier is not something which manufactures inhibitor with preprocessing, with step after rolling it does nitriding with such as nitrogen and ammonia makes and it designates that it is packed as feature. In Japan Unexamined Patent Publication Showa 62 - 253728 disclosure feature of product which is produced similarly with the low temperature slab heating process is disclosed in connection with degree of crystal grain and between the  $B_0$ . ( $B_0$  = film removal  $B_0$  - film-equipped  $B_0$ ) Namely, unidirectionality electromagnetic steel sheet where iron loss which designates that  $B_0$  of removal front and back of fosterite (DANA 51.3.1.2) film is 220 gauss or greater with product which had bigger particle diameter ( $8$  to  $30 \mu\text{m}$ ) than crystal grain diameter ( $1$  to  $6 \mu\text{m}$ ) of conventional product as feature is lowly disclosed.

[0007] This inventor etc pinpoints fact that relief or other film property condition of tension and steel sheet interface which are given to steel sheet is well reflected on the  $B_0$ , has made attribute which describes properties of fosterite (DANA 51.3.1.2) film with this  $B_0$ . When and, attaching fosterite (DANA 51.3.1.2) film where  $B_0$  is 250 gauss or greater, average particle diameter ( $8$  to  $30 \mu\text{m}$ ) of material which gives low iron loss and range of  $B_0$  ( $1.91$  to  $1.97 \text{ T}$ ) rule are done. relief of interface of tension and film and steel sheet which the film gives to steel sheet concerning reason where low iron loss is acquired with big film of  $B_0$  is large together, relief of interface becomes source of magnetic domain fractionization of one kind, can do the magnetic domain fractionization with high tension

[0008]

【発明が解決しようとする課題】鉄損を低減する皮膜性状としては、その張力が大きいことは勿論であるが、地鉄に食い込んだフォスフェイト皮膜の厚み（界面の凹凸）がより重要である。ところが通常の磁気測定法においては $\Delta B_0$ は皮膜の界面の凹凸がなくともその厚みが厚いと大きくなるため、 $\Delta B_0$ と鉄損とを関係つけて議論することは判断を誤る可能性がある。

【0009】一般に80%以上の高圧延率一回圧延法で製造されるGoss組織を安定して発達させるプロセスをとると結晶粒は大きくなる。平均結晶粒径が5mm~50mmと大きくなると、磁束密度がいかに高くても、通常の皮膜性状では安定して鉄損特性の優れた製品を得ることはできない。これは製品板厚が薄くなるとなおさら難しくなる。

【0010】本発明は結晶粒径と皮膜性状と鉄損の関係を精目し、結晶粒が大きくとも低鉄損を与える皮膜性状を明かにし、その制御法について検討したものである。

[0011]

【課題を解決するための手段】本発明者らは低鉄損材の具備する条件について、高磁束密度材で二次再結晶粒径と皮膜形成状態と鉄損の関係について詳細に検討した。その結果、結晶粒径の大ききによってフォスフェイト皮膜の形成状態を一定の範囲に規制することが重要であることを見いだした。

【0012】すなわち、本発明は、1) 鋼中にSiを2.5%以上4.5%以下、Crを0.05~0.25%を含有し、磁束密度が $B_0$ : 1.92T以上である、板厚0.15~0.35mmの鋼板において、鋼板の平均結晶粒径が5mm~50mmの範囲にあり、製品の鉄損 $W_{17/50}$ をA、製品のフォスフェイト皮膜を除去したときの鉄損 $W_{17/50}$ をBとした場合、 $(B-A)/A$ が0.15以上である低鉄損高磁束密度方向性電磁鋼板であり、更に2) 内部皮膜の厚みが2.5~5 $\mu$ mであるフォスフェイト皮膜を有する前記1)の低鉄損高磁束密度方向性電磁鋼板である。

in addition to that, and it is explanatory that the low iron loss is acquired.

[0008]

[Problems to be Solved by the Invention] Fact that tension is large as film property condition which decreases iron loss, is of course, but thickness (relief of interface) of fosterite (DANA 51.3.1.2) film which eats into area iron is more important. However B<sub>8</sub> not being a relief of interface of film regarding conventional magnetic measurement method, when thickness is thick, because it becomes large, B<sub>8</sub> and iron loss relationship attaching, arguing judgement is an erroneous possibility.

[0009] Stabilizing Goss structure which is produced generally with high pressure extending ratio one time rolling method of 80% or higher, when you take process which advances crystal grain becomes large. When average crystal grain diameter 5 mm to 50 mm becomes large, magnetic flux density how being high, in conventional film property condition stabilizing, it cannot obtain product where their loss characteristic is superior. This when product plate thickness becomes thin, all more becomes difficult.

[0010] It is something where as for this invention you paid attention to crystal grain diameter and film property condition and relationship of iron loss, made film property condition to which crystal grain also gives low iron loss largely clear, it examined concerning control method.

[0011]

[Means to Solve the Problems] Concerning condition which low iron loss material possesses, it examined these inventors in detail with high magnetic flux density material concerning the relationship of secondary recrystallization particle diameter and film formation state between iron loss. As a result, fact that it is important to regulate formation state of fosterite (DANA 51.3.1.2) film in fixed range with size of crystal grain diameter was discovered.

[0012] As for namely, this invention, 1) in steel Si 2.5% or higher 4.5% or lower, Cr 0.05 to 0.25% is contained, magnetic flux density being B<sub>8</sub>: 1.92 T or more, it is, In steel sheet of platelet thickness 0.15 to 0.35 mm putting, average crystal grain diameter of steel sheet is a range of 5 mm to 50 mm, when iron loss W<sub>17/50</sub> of the product removing fosterite (DANA 51.3.1.2) film of A and product, when iron loss W<sub>17/50</sub> is designated as B, it is a low iron loss high magnetic flux density unidirectionality electromagnetic steel sheet where  $(B-A)/A$  is 0.15 or greater, furthermore 2) aforementioned 1) which possesses fosterite (DANA 51.3.1.2) film where thickness

【0018】このようなスラブを1150℃で加熱熱延し、2.5mmの熱延板とした。これを1120℃+900℃で焼鈍した後急冷した。ついで酸洗し、30mmに冷延し、これを830℃×150秒の炭化焼鈍を窒素25%、水素75%雰囲気中で行った。この雰囲気露点は63℃、68℃とした。

【0019】この後窒化処理を750℃×30秒で水素、窒素、アンモニア混合ガス中を行い、鋼板の窒素量をほぼ200ppmに調整した。次いでMgO、TiO<sub>2</sub>を主成分とする焼鈍分離剤を塗布し1200℃×20時間の仕上げ焼鈍をおこなった。この後水洗し所定の処理をして磁気測定と皮膜観察を行った。この後、酸洗により皮膜を除去し再度磁気測定を行った。

【0020】結果を図2(a)および(b)に示しているがCrの含有量は仕上げ焼鈍後の鋼板の値を示している。二次再結晶粒の平均粒径はCr含有量でほとんど差はなくほぼ7mmで、皮膜除去前の磁束密度は1.93~1.95Tのものである。低鉄損はCr:0.05~0.25%において得られている。皮膜を除去するとCr含有量に關係がなくなりその値は非常に悪くなる。

【0021】Cr無添加材と0.08%及び0.18%含んだ材料の皮膜の断面写真を図3(a)、(b)、(c)にそれぞれに示す。Crを添加することにより内部皮膜が発達し、この成長した内部皮膜が磁区細分化の芽となり、二次再結晶粒径が大きくても低鉄損が得られるものと考えている。このCrは炭化焼鈍時において酸素の板厚方向の拡散を促進し、フォスフェイト皮膜形成に必要な酸化層(ファヤライト(Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>)及びSiO<sub>2</sub>)を厚くする。この酸化層の厚みが内部皮膜の厚みをきめると考えている。

【0022】図4は上記実験に用いたCr変換材を炭化焼鈍条件で処理した後の酸素量を分析したものである。Crを添加すると酸素量が増えており、ファヤライト及びSiO<sub>2</sub>の生成が促進されることを示している。この酸化層生成に影響する他の因子として、炭化焼鈍時の雰囲気露点があるが、露点変更のみでこの厚みを調整するには限界がある。

【0023】Crと炭化焼鈍条件の組み合わせが重要である。図5は鉄損に及ぼすCr有無と炭化焼鈍条件の關係を示したものである。先の実験で使用した材料のうち

【0018】It heated rolled this kind of slab with 1150 °C, made hot rolled plate of the 2.5 mm. annealing after doing. quench it did this with 1120 °C + 900 °C. Next, acid wash it did and rolled in 0.30 mm, this did decarbonizing annealing of the 830 °C X 150 second in nitrogen 25 % and hydrogen 75 % atmosphere. This atmosphere dew point made 63 °C and 68 °C.

【0019】Nitriding after this with 750 °C X 30 second was done in hydrogen, nitrogen and ammonia mixed gas, nitrogen amount of steel sheet was almost adjusted 200 ppm. Next, annealing fractionating agent which designates MgO, TiO<sub>2</sub> as main component was applied and finished annealing of 1200 °C X 20 hour was done. water wash after this it did and treated specified and magnetic measured and it observed film. It removed film after this, with acid wash and measured for the second time magnetic.

【0020】Result has been shown in Figure 2(a) and (b), but it finish is the content of Cr and has shown value of steel sheet after the annealing. As for average particle diameter of secondary recrystallization grain there is not a difference for the most part with Cr content and with 7 mm, magnetic flux density before film removing is something of 1.93 to 1.95 T almost. low iron loss is acquired in Cr: 0.05 to 0.25 %. When film is removed, relationship is gone in Cr content and the value becomes very bad.

【0021】Cr no addition material and 0.08 % and 0.18 % cross section photograph of film of material which is included is shown respectively in Figure 3 (a), (b), (c). inside film advances by adding Cr, this inside film which grew becomes bud of magnetic domain fractionize, secondary recrystallization particle diameter is large and you think that where low iron loss is acquired. This Cr promotes scattering of plate thickness direction of oxide in the time of decarbonizing annealing, makes oxidized layer (fayalite (Fe<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) and SiO<sub>2</sub>) which is necessary for fosterite (DANA 51.3.1.2) film formation thick. You think that thickness of this oxidized layer decides thickness of inside film.

【0022】Figure 4 after treating Cr change material which is used for above-mentioned experiment with decarbonizing annealing condition is something which analyzed the amount of oxygen. When Cr is added, amount of oxygen increases, has shown fayalite and fact that formation of SiO<sub>2</sub> is promoted. There is a atmosphere dew point at time of decarbonizing annealing, as other factor which it has an influence on this oxidized layer formation, but adjusts this thickness with only dew point modification, there is a limit.

【0023】Combination of Cr and decarbonizing annealing condition is important. Figure 5 is something which shows relationship of Cr presence or absence between decarbonizing annealing

Cr無添加材と0.15%添加した材料を同様な処理をした後、0.23mmに冷延し、脱炭焼鈍温度を840℃、焼鈍時間、雰囲気ガスを表1に示すような条件にして行った。

【0024】

【表1】

	①		②		③	
露点	前段	後段	前段	後段	前段	後段
	64℃	-15℃	68℃	-15℃	72℃	-15℃
時間	70秒	20秒	70秒	20秒	70秒	20秒

【0025】雰囲気ガスは前段の露点を変えて酸化層の厚みを変化させ、後段はドライガスにして酸化層の質を調整している。この後の処理は前述したものと同様に行っている。この結果から前成品も脱炭焼鈍の前段露点の高いものが鉄損が低くなっているが、Cr有無でみるとCrを含んだものが格段に優れている。フォステライトの内部皮膜は前段露点の高い方がまたCrを含んだものがより厚くなっていた。

【0026】なお、平均結晶粒径はいずれもほぼ10～13mmであった。図6は内部皮膜の厚さの異なった板厚0.23mmと0.30mmの製品について、フォステライト皮膜除去前後の鉄損の変化を示したものである。製品の鉄損をA、酸洗により皮膜を除去した後の鉄損をBとした場合の製品の鉄損と(B-A)/Aとの関係を示したものである。低鉄損は0.15以上で得られている。この値の大きいものほど内部皮膜が厚くなっている。

【0027】次に本発明の構成要因の限定理由について述べる。Siは低鉄損を得るうえから2.5%～4.5%含む必要がある。2.5%より低いと低鉄損が得られず、一方4.5%を超えると脆性上問題を生じる。磁束密度はB<sub>9</sub>で1.92T以上とする。これより低いと低鉄損が得られない。

【0028】Crは0.05～0.25%とする。0.05%より低いと内部皮膜の発達が悪く、一方0.25%を超すと二次再結晶粒の方が劣り低鉄損が得られない。製品板厚は0.15～0.35mmとする。0.15

condition which are caused to iron loss. Inside Cr no addition material and 0.15% of material which is used with experiment ahead after treating in same way, it rolled the material which is added in 0.23 mm, it did decarbonizing annealing temperature, in kind of condition which shows 840 °C, annealing time and atmosphere gas in Table 1.

【0024】

【Table 1】

【0025】Atmosphere gas changing dew point of prestage, thickness of oxidized layer changing, poststage adjusts quality of oxidized layer with as the dry gas. It treats after this in same way as those which are mentioned earlier. Also both products those where prestage dew point of decarbonizing annealing is high iron loss have become low from result, but when you see with Cr presence or absence, those which include Cr are superior markedly. As for inside film of fosterite (DANA 51.3.1.2) one where prestage dew point is high, those which in addition include Cr had become thicker.

【0026】Furthermore, average crystal grain diameter in each case was 10 to 13 mm almost. Figure 6 is something which shows change of iron loss of fosterite (DANA 51.3.1.2) film removal front and back concerning product of plate thickness 0.23 mm and 0.30 mm where thickness of inside film differs. After removing film iron loss of product with A and the acid wash, it is something which is shown in connection with between their iron loss and (B-A)/A of product when iron loss is designated as B. low iron loss is acquired with 0.15 or greater. About those where this value is large inside film has become thick.

【0027】Next you express concerning limiting factor of constituting factor of this invention. Above low iron loss is obtained as for Si 2.5% to 4.5% it is necessary to include from. When it is lower than 2.5%, when low iron loss is not acquired, exceeds 4.5% on one hand problem on brittle is caused. magnetic flux density makes 1.92 T or more with B<sub>9</sub>. When it is lower than this, low iron loss is difficult to be acquired.

【0028】Cr makes 0.05 to 0.25%. When it is lower than 0.05%, when advancement of inside film is bad, crosses over 0.25% on one hand azimuth of secondary recrystallization grain being inferior, low iron loss is not acquired. product platelet



mmより薄いものは現段階では $B_8$ で1.92T以上のものが得られ難い。0.35mmより厚くなるとフォーステライト皮膜の影響が小さくなり効果が少ない。

【0029】二次再結晶粒の平均結晶粒径は5~50nm、好ましくは7~40nmとし、この場合の内部皮膜の厚みは2.5~5 $\mu$ mとする。2.5 $\mu$ mより薄くても、また5 $\mu$ mより厚くても低鉄損は得られない。特に、鉄損については、(製品の鉄損-皮膜除去後の鉄損)/製品の鉄損の値は0.15以上とする。これは前述したようにこの値より小さいと製品の鉄損特性が悪い。

【0030】以下実施例について述べる。

【0031】

【実施例】

C: 0.055%, Si: 3.3%, Mn: 0.10%, P: 0.025%, S: 0.010%, Al: 0.028%, N: 0.0080%, Sn: 0.05%, を含有する溶鋼にCrを無添加、0.12%, 0.20%, 0.38%を添加したスラブを造った。これを1150℃で加熱、熱延した後2.3mmの熱延板とした。これを1120℃+900℃の熱延板焼鈍後酸洗し、0.23mmに冷延した。

【0032】引き続き $H_2$ : 75%,  $N_2$ : 25%, 露点69℃で830℃X70秒+露点(-20℃)、830℃X20秒の脱炭焼鈍を行った後、 $H_2$ ,  $N_2$ ,  $NH_3$ 混合ガス中で750℃X30秒の窒化処理を行い鋼板の窒素量をほぼ200ppmに調整した。この後、MgO,  $TiO_2$ を主成分とする焼鈍分離剤を塗布した後1200℃X20時間の仕上げ焼鈍を行った。この後所定の処理を行い磁気測定をした。

【0033】次いで酸によりフォーステライト皮膜を除去し再度磁気測定をするとともに平均結晶粒径を求めた。結果を表2に示す。

【0034】

thickness makes 0.15 to 0.35 mm. As for those which are thinner than 0.15 mm with starting step those of the 1.92 T or more are difficult to be acquired with  $B_8$ . When it becomes thicker than 0.35 mm, influence of fosterite (DANA 51.3.1.2) film becomes small and effect is little.

[0029] Average crystal grain diameter of secondary recrystallization grain makes 5 to 50 nm and preferably 7 to 40 nm, thickness of inside film in this case makes 2.5 to 5  $\mu$ m. Being thinner than 2.5  $\mu$ m even when, in addition 5  $\mu$ m compared to being thick low iron loss is not acquired. Especially, value of iron loss of (iron loss after iron loss - film removing of product) / product makes 0.15 or greater concerning iron loss. As for this as mentioned earlier, when it is smaller than this value, the iron loss characteristic of product is bad.

[0030] You express concerning below Working Example.

[0031]

[Working Example(s)]

C: 0.055% and Si: 3.3% and Mn: 0.10% and P: 0.025% and S: 0.010% and Al: 0.028% and N: 0.0080% and Sn: 0.05%, Cr slab which adds no addition, the 0.12%, 0.20% and 0.38% was made in molten steel which is contained. With 1150℃ heating and after rolling, this it made hot rolled plate of the 2.3 mm. acid wash after hot rolled plate annealing of 1120℃ + 900℃ it did this, rolled in the 0.23 mm.

[0032] Continuously, after doing decarbonizing annealing of 830℃ X 70 second + dew point (-20℃) and 830℃ X 20 second with the  $H_2$ : 75%,  $N_2$ : 25% and dew point 69℃, nitriding of 750℃ X 30 second was done in the  $H_2$ ,  $N_2$ ,  $NH_3$  mixed gas and nitrogen amount of steel plate was almost adjusted 200 ppm. After this, after applying annealing fractionating agent which designates MgO,  $TiO_2$  as themain component finished annealing of 1200℃ X 20 hour was done. It treated after this specified and measured magnetic.

[0033] Next as it removes fosterite (DANA 51.3.1.2) film with acid and measures for the second time magnetic average crystal grain diameter was sought. result is shown in Table 2.

[0034]

【表 2】

【Table 2】

	鉄損 (W <sub>17/20</sub> W/kg)		(B-A)/A	結晶粒径 (nm)	
	A: 皮膜あり	B: 皮膜除去			
①	0.91	1.02	0.12	12	比較例
②	0.78	1.02	0.30	13	本発明
③	0.79	1.03	0.30	11	本発明
④	0.90	1.06	0.17	10	比較例

【0035】本発明の条件を満たしている範囲において低鉄損材が得られている。

[0035] Low iron loss material is acquired in range which fills up condition of this invention.

【0036】

[0036]

【発明の効果】以上述べたように、本発明は二次再結晶粒径を特別に制御することなく鉄損の低い一方向性電磁鋼板を得ることが可能である。

[Effects of the Invention] As above expressed, as for this invention unidirectionality electromagnetic steel plate where iron loss is low without controlling secondary recrystallization particle diameter especially it is possible to be acquired.

【図面の簡単な説明】

[Brief Explanation of the Drawing(s)]

【図 1】平均二次再結晶粒径、皮膜の形成状態（内部皮膜厚さ）と鉄損との関係を示す図である。

[Figure 1] Even secondary recrystallization particle diameter, it is a figure which shows relationship between the formation state (inside film thickness) and iron loss of film.

【図 2】（a）は Cr 含有率と平均結晶粒径との関係を、（b）は Cr 含有率と鉄損との関係をそれぞれ示す図。

[Figure 2] As for (a) relationship between Cr content % and the average crystal grain diameter, as for (b) figure which shows relationship between the Cr content % and iron loss respectively.

【図 3】（a）は Cr 無添加の場合の鋼板断面を示す写真で、（b）は Cr : 0.08% を添加した場合、また、（c）は Cr : 0.18% を添加した場合の、それぞれの鋼板断面を示す写真。

[Figure 3] As for (a) with photograph which shows steel sheet cross section in case of the Cr no addition, as for (b) when Cr : 0.08 % is added, in addition, as for the (c) photograph which shows, respective steel sheet cross section when Cr : 0.18 % is added.

【図 4】Cr 含有率と表 1 に示す脱炭焼鈍条件で処理した後の内部皮膜の酸素量との関係を示す図。

[Figure 4] Figure which shows relationship between Cr content % and after treating with decarbonizing annealing condition which is shown in Table 1 the amount of oxygen of inside film.

【図 5】Cr 含有率と脱炭焼鈍条件の関係を示す図。

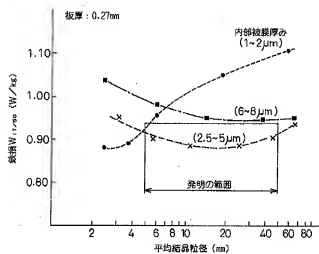
[Figure 5] Cr content % and figure which shows relationship of the decarbonizing annealing condition.

【図 6】内部皮膜の厚さの異った板厚 0.23mm と 0.30mm 製品についてのフォステライト皮膜除去前後の鉄損の変化を示す図。

[Figure 6] Concerning plate thickness 0.23 mm and 0.30 mm product where thickness of inside film differs figure which shows change of iron loss of fosterite (DANA 51.3.1.2) film removal front and back.

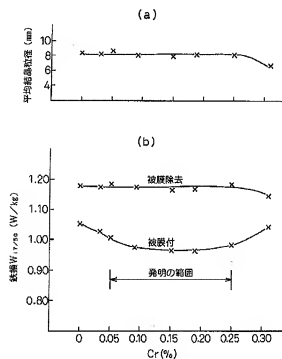
【図 1】

[Figure 1]



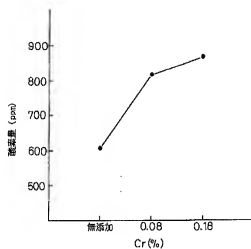
【図 2】

[Figure 2]



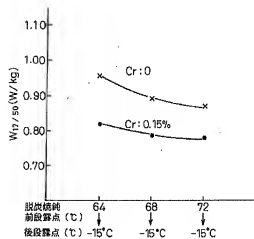
【圖 4】

[Figure 4]



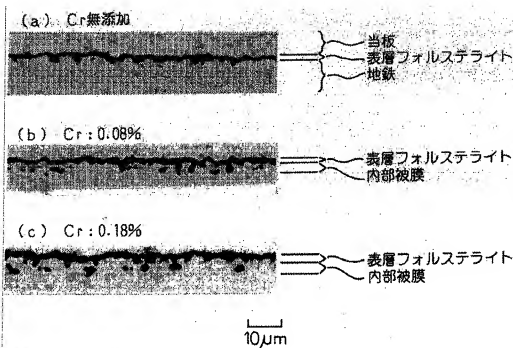
【圖 5】

[Figure 5]



【図3】

[Figure 3]



図面代用写真

【図6】

[Figure 6]

